

明 細 書

ナノカーボン製造装置ならびにナノカーボンの製造方法および回収方法
技術分野

[0001] 本発明は、ナノカーボン製造装置ならびにナノカーボンの製造方法および回収方法に関する。

背景技術

[0002] 近年、ナノカーボンの工学的応用が盛んに検討されている。ナノカーボンとは、カーボンナノチューブやカーボンナノホーン等に代表される、ナノスケールの微細構造を有する炭素物質のことをいう。このうち、カーボンナノホーンは、グラファイトのシートが円筒状に丸まったカーボンナノチューブの一端が円錐形状となった管状体の構造を有しており、その特異な性質から、様々な技術分野への応用が期待されている。カーボンナノホーンは、通常、各々の円錐部間に働くファンデルワールス力によって、チューブを中心にし円錐部が角(ホーン)のように表面に突き出る形態で集合し、カーボンナノホーン集合体を形成している。

[0003] カーボンナノホーン集合体は、不活性ガス雰囲気中で原料の炭素物質(以下適宜グラファイトターゲットと呼ぶ)に対してレーザー光を照射するレーザー蒸発法によって製造されることが報告されている(特許文献1)。この方法によれば、レーザー蒸発により得られたすす状物質を適当に基板上に堆積させる方法等を用いて回収することができる。とされている。

特許文献1:特開2001-64004号公報

[0004] 発明の開示

[0005] ところが、本発明者がこの方法について検討を行ったところ、生成したすす状物質を回収することが困難であることが明らかになった。特に、カーボンナノホーン集合体は密度が小さいため宙に舞いやすく、チャンバー内で浮遊してしまい、チャンバー底部に堆積させておくことが困難であった。

[0006] 本発明は上記事情に鑑みてなされたものであり、その目的は、ナノカーボンを効率よく回収する技術を提供することにある。

- [0007] 本発明によれば、ナノカーボンを生成する生成室と、生成したナノカーボンを回収する回収室と、を備え、前記生成室または前記回収室に、生成したナノカーボンを湿潤させる湿潤手段が設けられたことを特徴とするナノカーボン製造装置が提供される。
- [0008] 本発明の製造装置によれば、生成室または回収室に湿潤手段が設けられるため、生成室で生成したナノカーボンを確実に湿潤させることができる。このため、ナノカーボンが回収室内を浮遊するのを抑制し、底部に堆積させることができる。よって、堆積したナノカーボンを確実に回収することができる。
- [0009] 本発明において、生成室では、たとえばレーザーアブレーション法、アーク放電法、CVD法等の方法によりナノカーボンが生成する。
- [0010] 本発明によれば、グラファイトターゲットの表面に光を照射する光源と、前記光の照射に生成したナノカーボンを回収する回収手段と、前記ナノカーボンを湿潤させる湿潤手段と、を備えることを特徴とするナノカーボン製造装置が提供される。
- [0011] 本発明に係るナノカーボン製造装置によれば、ナノカーボンを湿潤する湿潤手段を備えるため、生成したナノカーボンを湿潤させ、沈降させることができる。このため、ナノカーボンが宙に舞うのを抑制し、効率よく回収することができる。
- [0012] 本発明のナノカーボン製造装置において、前記湿潤手段は、噴霧手段であってもよい。こうすることにより、生成したナノカーボンを霧で確実に湿潤させることができる。よって、ナノカーボンをさらに容易に回収することができる。本発明において、前記噴霧手段はたとえばエタノール霧化装置とすることができる。
- [0013] 本発明のナノカーボン製造装置において、前記回収手段は、回収室と、前記回収室に前記ナノカーボンを導く回収管と、を備え、前記湿潤手段は、前記回収室中の前記ナノカーボンを湿潤させてもよい。こうすることにより、生成したナノカーボンを効率よく回収室に導くことができる。また、回収室に回収されたナノカーボンを確実に湿潤させることができる。このため、ナノカーボンを回収室内に堆積させ、確実に回収することができる。
- [0014] 本発明のナノカーボン製造装置において、前記回収室の底面が装置の設置面に対して傾斜していてもよい。こうすることにより、湿潤させたナノカーボンをさらに容易

に回収することができる。また、回収室は、着脱可能に構成されていてもよい。こうすれば、回収室を取り外すことができるため、容易にナノカーบอนを回収することができる。

[0015] 本発明のナノカーบอนの製造装置において、前記グラファイトターゲットの設置される生成室を備え、前記湿潤手段は、前記生成室中の前記ナノカーบอนを湿潤させてもよい。こうすることにより、生成したナノカーบอนを生成室内で確実に湿潤させることができる。このため、ナノカーบอนが生成室内で舞うのを抑制し、容易に回収することができる。また、ナノカーบอนが生成室内に浮遊しないため、グラファイトターゲットに照射される光のパワー密度のぶれを抑制することができる。よって、所望の性状のナノカーบอนを安定的に製造することができる。

[0016] 本発明の製造装置において、前記生成室の底部に、生成した前記ナノカーบอนを回収する回収器が設けられていてもよい。こうすることにより、生成室内で湿潤したナノカーบอนを回収器に堆積させることができる。よって、ナノカーบอนを効率よく回収することができる。回収器は湿潤手段を備えることができる。

[0017] 本発明によれば、ナノカーบอนを生成する生成室と、生成したナノカーบอนを回収する回収室と、を備え、前記生成室または前記回収室に、生成したナノカーบอนを湿潤させる湿潤手段が設けられたことを特徴とするナノカーบอน製造装置が提供される。

[0018] 本発明によれば、グラファイトターゲットの表面に光照射する工程と、光照射する前記工程で生成したナノカーบอนを湿潤させる工程と、を含むことを特徴とするナノカーบอนの製造方法が提供される。

[0019] 本発明に係る製造方法によれば、生成したナノカーบอนを湿潤させる工程を含むため、ナノカーบอนの浮遊を抑制することができる。よって、ナノカーบอนを効率よく回収することができる。また、ナノカーบอนを確実に回収することができる。

[0020] 本発明のナノカーบอนの製造方法において、ナノカーบอนを湿潤させる前記工程は、前記ナノカーบอนに液体を噴霧する工程を含んでもよい。こうすることにより、ナノカーบอนを確実に湿潤させることができる。よって、ナノカーบอนをさらに確実に回収することができる。

- [0021] 本発明のナノカーボンの製造方法において、ナノカーボンを湿潤させる前記工程は、前記ナノカーボンに有機溶媒を噴霧する工程を含んでもよい。ナノカーボンの表面は疎水性であるため、有機溶媒を噴霧することにより、さらに確実にナノカーボンを湿潤させることができる。
- [0022] 本発明のナノカーボンの製造方法において、ナノカーボンを湿潤させる前記工程は、前記ナノカーボンにアルコールまたはその水溶液を噴霧してもよい。アルコールは揮発性に優れるため、アルコールまたはその水溶液を噴霧することにより、回収したナノカーボンからの噴霧液の除去が容易となる。本発明の製造方法において、たとえばエタノール、メタノール、イソプロピルアルコールまたはその水溶液を噴霧することができる。
- [0023] 本発明によれば、ナノカーボンを生成した後、該ナノカーボンを湿潤させて回収することを特徴とするナノカーボンの回収方法が提供される。本発明に係る回収方法によれば、生成したナノカーボンを湿潤させるため、ナノカーボンが宙に舞うのを抑制し、容易に回収することができる。
- [0024] 以上説明したように、本発明によれば、ナノカーボンを効率よく回収することができる。

図面の簡単な説明

- [0025] 上述した目的、およびその他の目的、特徴および利点は、以下に述べる好適な実施の形態、およびそれに付随する以下の図面によってさらに明らかになる。
- [0026] [図1]実施の形態に係るカーボンナノホーンの製造装置の構成を示す図である。
- [図2]図1のナノカーボン製造装置のA-A'方向の断面図である。
- [図3]実施の形態に係るカーボンナノホーンの製造装置の構成を示す図である。
- [図4]図3のナノカーボン製造装置のB-B'方向の断面図である。
- [図5]図4の噴霧器のノズルの構成を示す図である。
- [図6]実施の形態に係るカーボンナノホーンの製造装置の構成を示す図である。
- [図7]実施の形態に係るカーボンナノホーンの製造装置の構成を示す図である。
- [図8]実施の形態に係るカーボンナノホーンの製造装置の構成を示す図である。
- [図9]実施の形態に係るカーボンナノホーンの製造装置の構成を示す図である。

発明を実施するための最良の形態

[0027] 以下、レーザーアブレーション法によりカーボンナノホーン集合体を製造し、回収する場合を例に説明する。なお、すべての図面において、共通の構成要素には同じ符号を付し、適宜説明を省略する。

[0028] (第一の実施形態)

本実施形態では、ナノカーボン製造装置にナノカーボン回収用のチャンバーを設け、回収用のチャンバーにナノカーボンを湿潤させるための噴霧装置が設けられている。図1は、本実施形態のナノカーボンの製造装置183の構成を示す図である。なお、本明細書において、図1および他の製造装置の説明に用いる図は概略図であり、各構成部材の大きさは実際の寸法比に必ずしも対応していない。

[0029] 図1のナノカーボン製造装置183は、製造チャンバー107、ナノカーボン回収チャンバー119、搬送管141、レーザー光源111、ZnSe平凸レンズ131、ZnSeウインドウ133、回転装置115および噴霧器181を備える。さらに、ナノカーボン製造装置183は、不活性ガス供給部127、流量計129、真空ポンプ143、および圧力計145を備える。

[0030] レーザー光源111から出射するレーザー光103は、ZnSe平凸レンズ131にて集光され、ZnSeウインドウ133を通じて製造チャンバー107内のグラファイトロッド101に照射される。グラファイトロッド101は、レーザー光103照射のターゲットとなる固体炭素単体物質として用いられる。

[0031] レーザー光103は、照射角が一定となるようにグラファイトロッド101に照射される。レーザー光103の照射角を一定に保ちながら、グラファイトロッド101をその中心軸に対して所定の速度で回転させることにより、グラファイトロッド101の側面の円周方向にレーザー光103を一定のパワー密度で連続的に照射することができる。また、グラファイトロッド101をその長さ方向にスライドさせることにより、グラファイトロッド101の長さ方向にレーザー光103を一定のパワー密度で連続的に照射することができる。

[0032] 回転装置115は、グラファイトロッド101を保持し、その中心軸周りに回転させる。グラファイトロッド101は回転装置115に固定することにより、中心軸周りに回転可能である。またグラファイトロッド101はたとえば中心軸に沿った方向に位置移動可能な構

成とすることができる。

- [0033] 製造チャンバー107とナノカーボン回収チャンバー119とは、搬送管141によって接続されている。グラファイトロッド101の側面にレーザー光源111からレーザー光103が照射され、その際のプルーム109の発生方向に搬送管141を介してナノカーボン回収チャンバー119が設けられており、生成したカーボンナノホーン集合体117はナノカーボン回収チャンバー119に回収される。
- [0034] 噴霧器181は、ナノカーボン回収チャンバー119に設けられており、ナノカーボン回収チャンバー119の内部および壁面に液体を噴霧することができるように構成されている。こうすることにより、ナノカーボン回収チャンバー119に回収されたカーボンナノホーン集合体117を湿潤させることができる。このため、ナノカーボン回収チャンバー119に回収されたカーボンナノホーン集合体117をナノカーボン回収チャンバー119の底部に効率よく堆積させ、回収することができる。
- [0035] ここで、噴霧器181は、たとえば霧化ユニットを備えた霧化装置とすることができる。また、溶媒タンクから噴霧液をシャワー状に放出する構成としてもよい。さらに、スプリンクラー等の構成を利用した噴霧装置とすることもできる。本実施形態では、噴霧器181が霧化ユニットを備える場合を例に、以下説明をする。
- [0036] 図2は、霧化ユニットを備える噴霧器181を模式的に示す図である。なお、図2は、図1のA-A'方向の断面図となっている。
- [0037] 図2の噴霧器181は、霧化ユニット199を備え、霧化ユニット199上部に噴霧液193が收容されている。ナノカーボン回収チャンバー119と噴霧器181とは、ナノカーボン回収チャンバー119の壁面の一部に設けられた貫通口197を介して連結されている。噴霧液193は後述するようにミスト195として、貫通口197からナノカーボン回収チャンバー119内へ噴霧される。
- [0038] 霧化ユニット199は、例えば超音波振動のような高周波数の振動を発する。この振動は、噴霧器181を介して噴霧液193に伝導する。この振動により、噴霧液193が霧化されてミスト195を生じる。ミスト195は貫通口197を通過してナノカーボン回収チャンバー119に進入する。
- [0039] 霧化ユニット199としては、例えば秋月電子社製のUSH-400、株式会社テックジ

ヤム販売のC-HM-2412などの超音波振動型霧化ユニットが挙げられる。このような霧化ユニットは、噴霧液193を応答性良く霧化することが可能である。また、FDK株式会社製の霧化ディスクのような、圧電振動子を備えた超音波振動型霧化ユニットを用いることもできる。こうした霧化ユニットは低消費電力であるため、効率よくミスト195を発生させることができる。

[0040] ナノカーボン製造装置183では、噴霧器181がナノカーボン回収チャンバー119の側面に設けられているが、噴霧器181はナノカーボン回収チャンバー119の上面や底面に設けることもできる。たとえば図3は、図1のナノカーボン製造装置183と基本構成は同様であるが、ナノカーボン回収チャンバー119の上面に噴霧器181を有するナノカーボン製造装置184を示す図である。

[0041] また、複数の噴霧器181をナノカーボン回収チャンバー119の異なる面にそれぞれ設けてもよい。こうすることにより、ナノカーボン回収チャンバー119の各壁面をより一層確実に湿潤することができるため、カーボンナノホーン集合体117を確実に回収することができる。

[0042] 図1に戻り、次に、ナノカーボン製造装置183を用いたカーボンナノホーン集合体117の製造方法について具体的に説明する。

[0043] ナノカーボン製造装置183において、グラファイトロッド101として、高純度グラファイト、たとえば丸棒状焼結炭素や圧縮成形炭素等を用いることができる。

[0044] また、レーザー光103として、たとえば、高出力CO₂ガスレーザーを用いることができる。レーザー光103のグラファイトロッド101への照射は、Ar、He等の希ガスをはじめとする反応不活性ガス雰囲気、たとえば10³Pa以上10⁵Pa以下の雰囲気中で行う。また、製造チャンバー107内を予めたたとえば10⁻²Pa以下に減圧排気した後、不活性ガス雰囲気とすることが好ましい。

[0045] また、グラファイトロッド101の側面におけるレーザー光103のパワー密度がほぼ一定、たとえば5kW/cm²以上25kW/cm²以下となるようにレーザー光103の出力、スポット径、および照射角を調節することが好ましい。

[0046] レーザー光103の出力はたとえば1kW以上50kW以下とする。また、レーザー光103のパルス幅はたとえば0.5秒以上とし、好ましくは0.75秒以上とする。こうするこ

とにより、グラファイトロッド101の表面に照射されるレーザー光103の累積エネルギーを充分確保することができる。このため、カーボンナノホーン集合体117を効率よく製造することができる。また、レーザー光103のパルス幅はたとえば1.5秒以下とし、好ましくは1.25秒以下とする。こうすることにより、グラファイトロッド101の表面が過剰に加熱されることにより表面のエネルギー密度が変動し、カーボンナノホーン集合体の収率が低下するのを抑制することができる。レーザー光103のパルス幅は、0.75秒以上1秒以下とすることがさらに好ましい。こうすれば、カーボンナノホーン集合体117の生成率および収率をともに向上させることができる。

[0047] また、レーザー光103照射における休止幅は、たとえば0.1秒以上とすることができ、0.25秒以上とすることが好ましい。こうすることにより、グラファイトロッド101表面の過加熱をより一層確実に抑制することができる。

[0048] レーザー光103は、照射角が一定となるように照射される。レーザー光103の照射角を一定に保ちながら、グラファイトロッド101をその中心軸に対して所定の速度で回転させることにより、グラファイトロッド101の側面の円周方向にレーザー光103を一定のパワー密度で連続的に照射することができる。また、グラファイトロッド101をその長さ方向にスライドさせることにより、グラファイトロッド101の長さ方向にレーザー光103を一定のパワー密度で連続的に照射することができる。

[0049] このときの照射角は 30° 以上 60° 以下とすることが好ましい。なお、本明細書において、照射角とは、レーザー光103の照射位置におけるグラファイトターゲットの表面に対する垂線とレーザー光103とのなす角のことである。円筒形のグラファイトターゲットを用いる場合、照射角は、グラファイトロッド101の長さ方向に垂直な断面において、照射位置と円の中心とを結ぶ線分と、水平面とのなす角となる。

[0050] この照射角を 30° 以上とすることにより、照射するレーザー光103の反射、すなわち戻り光の発生を防止することができる。また、発生するブルーム109がZnSeウインドウ133を通じてZnSe平凸レンズ131へ直撃することが防止される。このため、ZnSe平凸レンズ131を保護し、またカーボンナノホーン集合体117のZnSeウインドウ133への付着防止に有効である。また、レーザー光103を 60° 以下で照射することにより、アモルファスカーボンの生成を抑制し、生成物中のカーボンナノホーン集合体11

7の割合、すなわちカーボンナノホーン集合体117の収率を向上させることができる。また、照射角は $45^{\circ} \pm 5^{\circ}$ とすることが特に好ましい。約 45° で照射することにより、生成物中のカーボンナノホーン集合体117の割合をより一層向上させることができる。

- [0051] また、照射時のレーザー光103のグラファイトロッド101側面へのスポット径は、たとえば0.5mm以上5mm以下とすることができる。
- [0052] また、レーザー光103のスポットを、たとえば0.01mm/sec以上55mm/sec以下の速度(線速度)で移動させることが好ましい。たとえば、直径100mmのグラファイトターゲットの表面にレーザー光103を照射する場合には、回転装置115によって直径100mmのグラファイトロッド101を円周方向に一定速度で回転させ、回転数をたとえば0.01rpm以上10rpm以下とすると、上述の線速度を実現できる。
- [0053] なお、グラファイトロッド101の回転方向に特に制限はないが、照射位置がレーザー光103から遠ざかる方向、すなわち図1においては図中に矢印で示したようにレーザー光103から搬送管141に向かう方向、に回転させることが好ましい。こうすることにより、カーボンナノホーン集合体117をより一層確実に回収することができる。
- [0054] ナノカーボン回収チャンバー119に回収されたすす状物質は、カーボンナノホーン集合体117を主として含み、たとえば、カーボンナノホーン集合体117が90wt%以上含まれる物質として回収される。
- [0055] なお、ブルーム109は、レーザー光103の照射位置におけるグラファイトロッド101の接線に垂直方向に発生するため、この方向に搬送管141を設ければ、効率よく炭素蒸気をナノカーボン回収チャンバー119に導き、カーボンナノホーン集合体117を回収することができる。
- [0056] カーボンナノホーン集合体117の製造の際には、ナノカーボン回収チャンバー119に設けられた噴霧器181からミスト195を噴霧しておく。こうすれば、ナノカーボン回収チャンバー119に回収されたカーボンナノホーン集合体117は、噴霧された液体により湿潤する。このため、カーボンナノホーン集合体117がナノカーボン回収チャンバー119中で飛散するのを抑制し、ナノカーボン回収チャンバー119の底部にカーボンナノホーン集合体117を効率よく堆積させることができる。また、ナノカーボン回

収チャンバー119の壁面へのカーボンナノホーン集合体117の付着も抑制することができる。よって、カーボンナノホーン集合体117の回収率を向上させることができる。

[0057] ミスト195によりナノカーボン回収チャンバー119のすべての壁面に到達し、湿潤するように噴霧器181からミスト195を噴霧することが好ましい。こうすれば、カーボンナノホーン集合体117をより一層確実にナノカーボン回収チャンバー119の底部に沈降させることができる。

[0058] 噴霧器181から噴霧するミスト195は、比較的疎水性の有機溶媒とすることが好ましい。カーボンナノホーン集合体117の表面は比較的疎水性であるため、これによりカーボンナノホーン集合体117を確実に湿潤させることができる。また、ミスト195として、揮発性の溶媒を用いることが好ましい。これにより、回収後、カーボンナノホーン集合体117を容易に乾燥することができる。

[0059] したがって、たとえば、エタノール、メタノール、イソプロピルアルコール等のアルコール類、ベンゼン、トルエン等の芳香族炭化水素、ハロゲン化炭化水素、エーテル類、アミド類等を噴霧することができる。これらの溶媒は単独で噴霧してもよいし、2種以上を混合して用いてもよい。また、これらの溶媒と水との混合溶媒としてもよい。

[0060] 噴霧器181からの液体の噴霧は、所定の間隔で断続的に行ってもよいし、連続的に行ってもよい。液体の噴霧量や噴霧速度は、ナノカーボン回収チャンバー119の大きさ等に応じて適宜設定することができる。

[0061] 本実施形態において、たとえば、図1のナノカーボン製造装置183において、グラファイトロッド101をφ100mm×250mmの丸棒状焼結炭素とし、CO₂レーザーを1s発振、250ms休止のパルス条件でグラファイトロッド101の側面に照射してカーボンナノホーン集合体の製造を行う際に、噴霧器181からエタノールを噴霧することにより、精製したすす状物質をナノカーボン回収チャンバー119の底部に堆積させることができるため、精製したカーボンナノホーン集合体の回収率を向上させることができる。

[0062] (第二の実施形態)

第一の実施形態に記載のナノカーボン製造装置183またはナノカーボン製造装置184において、噴霧器181の構成は以下のようにすることもできる。ここでは、図3の

ナノカーボン製造装置184の場合を例に説明する。

[0063] 図4は、図3のナノカーボン製造装置184のB-B'方向の断面図であり、噴霧器181の構成を説明する図である。図4において、噴霧器181は、タンク201と、供給管203と、ノズル205とを有する。タンク201には、噴霧液193が収容されている。また、供給管203は、タンク201とノズル205とを接続している。供給管203には、タンク201からの噴霧液193の供給を調節するためのバルブ209が設けられている。ノズル205は、多数のポア207を有するじょうろ状に形成されている。図5は、ノズル205の構成を示す斜視図である。

[0064] カーボンナノホーン集合体117を製造する際には、バルブ209を開いて噴霧液193をノズル205からナノカーボン回収チャンバー119内に噴霧する。噴霧液193は、ポア207を通じてミスト195としてシャワー状に噴霧されるため、ナノカーボン回収チャンバー119全体を好適に湿潤させることができる。このため、カーボンナノホーン集合体117を確実にナノカーボン回収チャンバー119の底部に沈降させ、堆積させることができる。

[0065] なお、ノズル205の構成は上述した態様には特に限定されず、ナノカーボン回収チャンバー119の大きさやナノカーボンの生成量に応じて適宜選択することができる。たとえば、加圧式ノズルを用いてもよい。また、噴霧液193の供給を、ポンプ等を用いて行うこともできる。このようにすれば、噴霧液193をさらに確実にナノカーボン回収チャンバー119内全体に噴霧することができる。

[0066] (第三の実施形態)

本実施形態は、第一または第二の実施形態に記載のナノカーボン製造装置と回収チャンバーの底部の構成が異なる。以下、第一の実施形態に記載のナノカーボン製造装置184の場合を例に説明する。図6は、本実施形態に係るナノカーボン製造装置185を示す図である。

[0067] ナノカーボン製造装置185では、ナノカーボン回収チャンバー187の底面が傾斜している。これにより、噴霧器181から噴霧された液体により湿潤したカーボンナノホーン集合体117がナノカーボン回収チャンバー187の底部においてより低い方向に向かって移動する。このため、カーボンナノホーン集合体117をナノカーボン回収チャ

ンバー187の底部の下方の領域に集めることができる。このため、より一層容易にカーボンナノホーン集合体117を回収することができる。

[0068] (第四の実施形態)

本実施形態は、第一または第二の実施形態に記載のナノカーボン製造装置183に着脱可能な回収用カートリッジをさらに備えるナノカーボン製造装置に関する。以下、第一の実施形態に記載のナノカーボン製造装置184の場合を例に説明する。図7は、本実施形態に係るナノカーボン製造装置189を示す図である。

[0069] ナノカーボン製造装置189では、ナノカーボン回収チャンバー119の底部に連通して取り外し可能な回収用カートリッジ191が設けられている。回収用カートリッジ191の底部はナノカーボン製造装置189の底部よりも低い位置にあるため、ナノカーボン回収チャンバー119の底部に堆積したカーボンナノホーン集合体117は、回収用カートリッジ191へと導かれる。回収用カートリッジ191を取り外してその内容物を乾燥させれば、さらに簡便に乾燥したカーボンナノホーン集合体117を回収することができる。

[0070] (第五の実施形態)

本実施形態に係るカーボンナノホーン製造装置を図8に示す。この装置では、製造チャンバー107の下部に下部回収チャンバー160を設けている。また、製造チャンバー107内に液体を噴霧するための噴霧器181をさらに設けている。噴霧器181は、たとえば第一または第二の実施形態に記載した構成とすることができる。

[0071] 下部回収チャンバー160を設けることにより、カーボンナノホーン集合体117は上部のナノカーボン回収チャンバー119に回収される一方、搬送管141から装置上部に回収されなかったカーボン蒸気が重力により落下し、下部回収チャンバー160に回収される。この構成によれば、ホーンの長さの短いカーボンナノホーンがナノカーボン回収チャンバー119に、ホーンの長さの長いカーボンナノホーンが下部回収チャンバー160に、それぞれ分離されて回収される。本実施形態によれば、複数の種類のカーボンナノホーンを分別して回収することができる。

[0072] また、製造チャンバー107内にも液体を噴霧することにより、ナノカーボン回収チャンバー119に回収されずに製造チャンバー107中に残存するカーボンナノホーン集

合体117を確実に湿らせ、製造チャンバー107の底部に導くことができる。このため、カーボンナノホーン集合体117を効率よく下部回収チャンバー160に回収することができる。

[0073] なお、本実施形態では、製造チャンバー107に噴霧器181を設けたが、下部回収チャンバー160に噴霧器181を設けてもよい。こうすれば、下部回収チャンバー160の底部により一層確実にカーボンナノホーン集合体117を堆積させ、カーボンナノホーン集合体117の飛散を抑制することができる。

[0074] (第六の実施形態)

以上の実施形態に記載のナノカーボン製造装置において、ナノカーボン回収チャンバー119の底部に堆積したカーボンナノホーン集合体117をかき集めて回収するための掻取部211を有していてもよい。以下、本実施形態を第四の実施形態に記載のナノカーボン製造装置189に適用する場合を例に説明する。図9は、本実施形態に係るナノカーボン製造装置213の構成を示す図である。

[0075] ナノカーボン製造装置213は、ナノカーボン回収チャンバー119の底部に、平板状の掻取部211を有する。掻取部211の構成は、へらのようにナノカーボン回収チャンバー119の底面をスライドさせてカーボンナノホーン集合体117を回収用カートリッジ191に導くことができれば特に制限はない。

[0076] 掻取部211を設けることにより、ナノカーボン回収チャンバー119の底部に堆積したカーボンナノホーン集合体117をより一層確実に回収することができる。なお、掻取部211は、製造チャンバー107の底部に設けてもよい。また、必要に応じて、これらのチャンバー内を上下にスライドする掻取部211をさらに設けてもよい。こうすれば、湿润したカーボンナノホーン集合体117をさらに確実にチャンバーの底部に集めることができる。

[0077] 以上、本発明を実施形態に基づき説明した。これらの実施形態は例示であり様々な変形例が可能なこと、またそうした変形例も本発明の範囲にあることは当業者に理解されるところである。

[0078] たとえば、以上の実施形態において、製造チャンバー107の底部にも、堆積したカーボンナノホーン集合体117をかきとるためのかきとり手段をさらに設けてもよい。

- [0079] また、以上の実施形態においては、グラファイトロッドを用いた場合を例に説明をしたが、グラファイトターゲットの形状は円筒形には限定されず、シート状、棒状等とすることもできる。
- [0080] また、カーボンナノホーン集合体117を構成するカーボンナノホーンの形状、径の大きさ、長さ、先端部の形状、炭素分子やカーボンナノホーン間の間隔等は、レーザー光103の照射条件などによって様々に制御することが可能である。

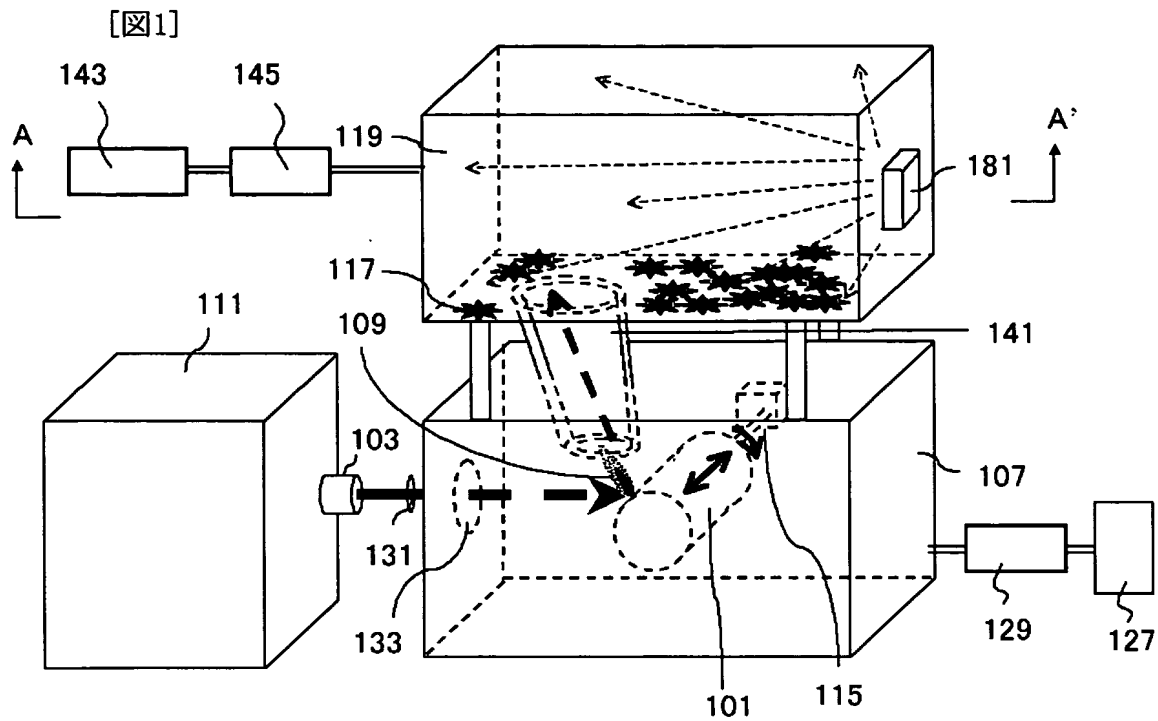
請求の範囲

- [1] ナノカーボンを生成する生成室と、
生成したナノカーボンを回収する回収室と、
を備え、
前記生成室または前記回収室に、生成したナノカーボンを湿潤させる湿潤手段が
設けられたことを特徴とするナノカーボン製造装置。
- [2] グラファイトターゲットの表面に光を照射する光源と、
前記光の照射に生成したナノカーボンを回収する回収手段と、
前記ナノカーボンを湿潤させる湿潤手段と、
を備えることを特徴とするナノカーボン製造装置。
- [3] 請求の範囲第2項に記載のナノカーボン製造装置において、前記回収手段は、回
収室と、前記回収室に前記ナノカーボンを導く回収管と、を備え、
前記湿潤手段は、前記回収室中の前記ナノカーボンを湿潤させることを特徴とする
ナノカーボン製造装置。
- [4] 請求の範囲第2項または第3項に記載のナノカーボンの製造装置において、前記
グラファイトターゲットの設置される生成室を備え、
前記湿潤手段は、前記生成室中の前記ナノカーボンを湿潤させることを特徴とする
ナノカーボン製造装置。
- [5] 請求の範囲第1項乃至第4項いずれかに記載のナノカーボン製造装置において、
前記湿潤手段は、噴霧手段であることを特徴とするナノカーボン製造装置。
- [6] グラファイトターゲットの表面に光照射する工程と、
光照射する前記工程で生成したナノカーボンを湿潤させる工程と、
を含むことを特徴とするナノカーボンの製造方法。
- [7] 請求の範囲第6項に記載のナノカーボンの製造方法において、ナノカーボンを湿
潤させる前記工程は、前記ナノカーボンに液体を噴霧する工程を含むことを特徴と
するナノカーボンの製造方法。
- [8] 請求の範囲第6項または第7項に記載のナノカーボンの製造方法において、ナノカ
ーボンを湿潤させる前記工程は、前記ナノカーボンにアルコールまたはその水溶液

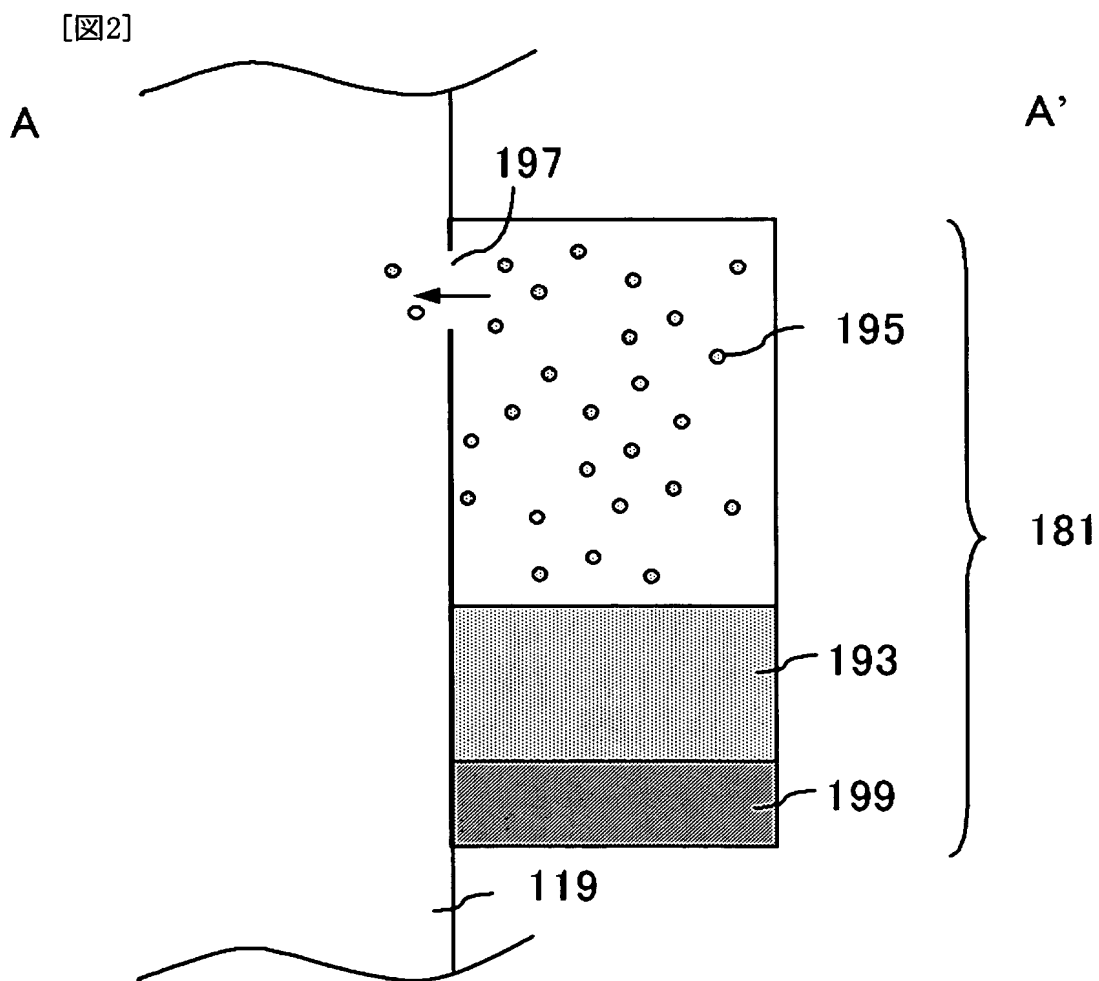
を噴霧することを特徴とするナノカーボンの製造方法。

- [9] ナノカーボンを生成した後、該ナノカーボンを湿潤させて回収することを特徴とするナノカーボンの回収方法。

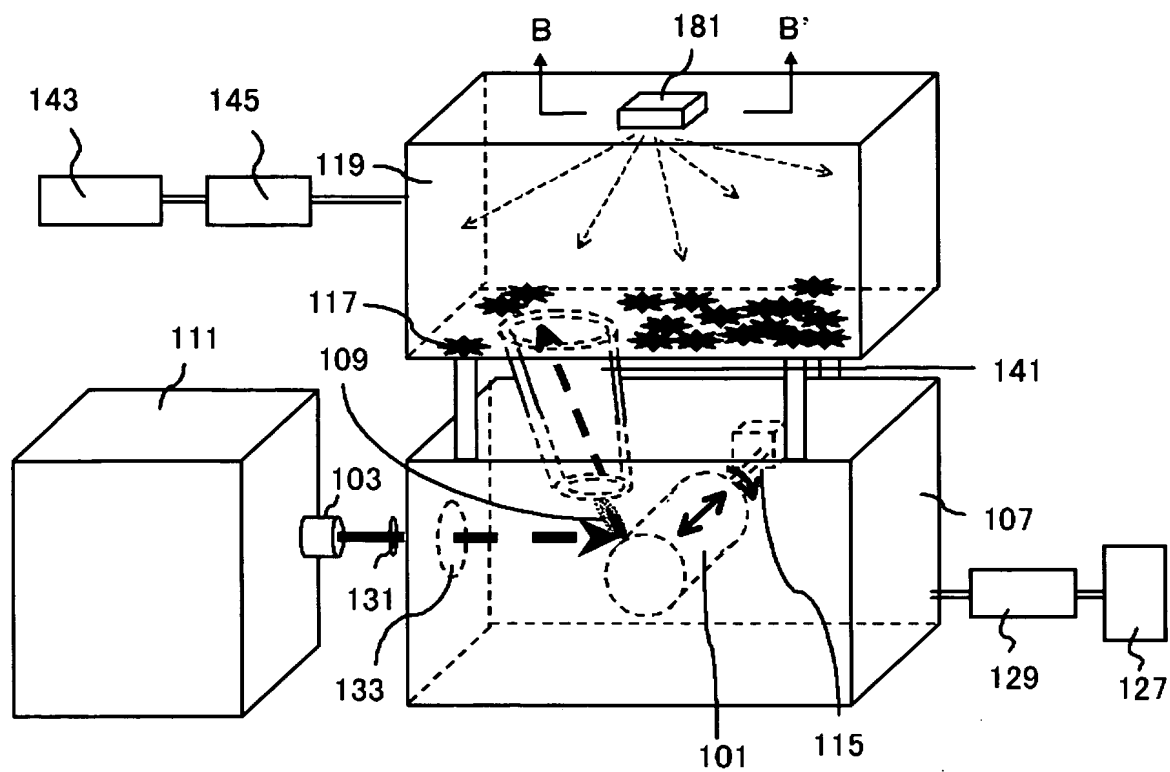
1/6



183



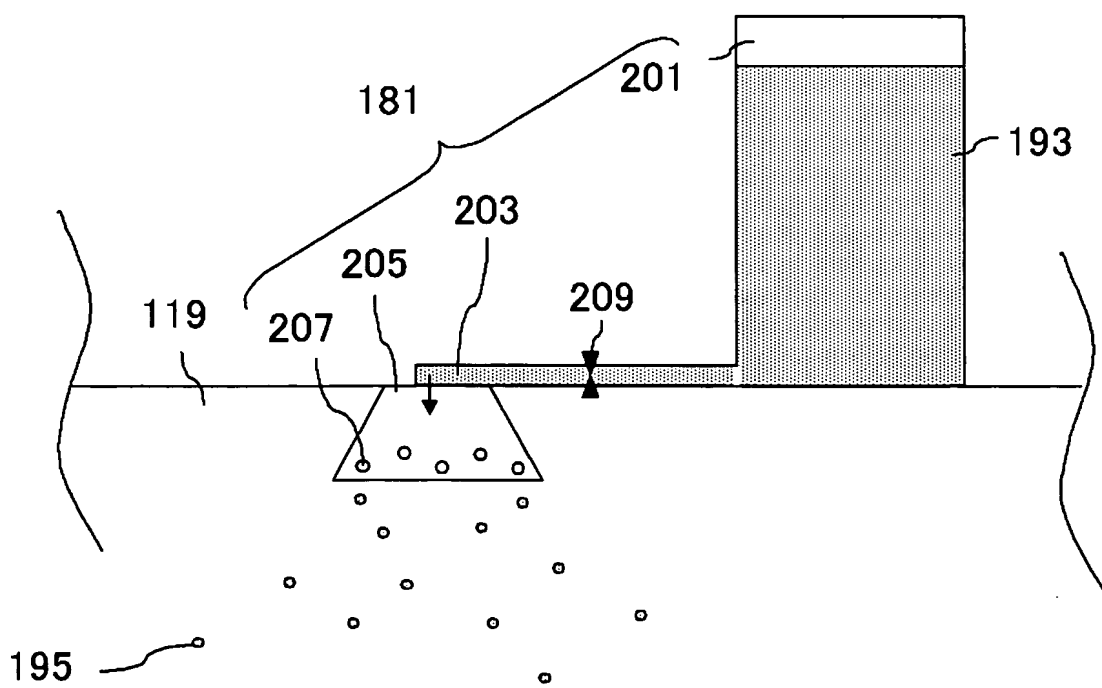
[図3]



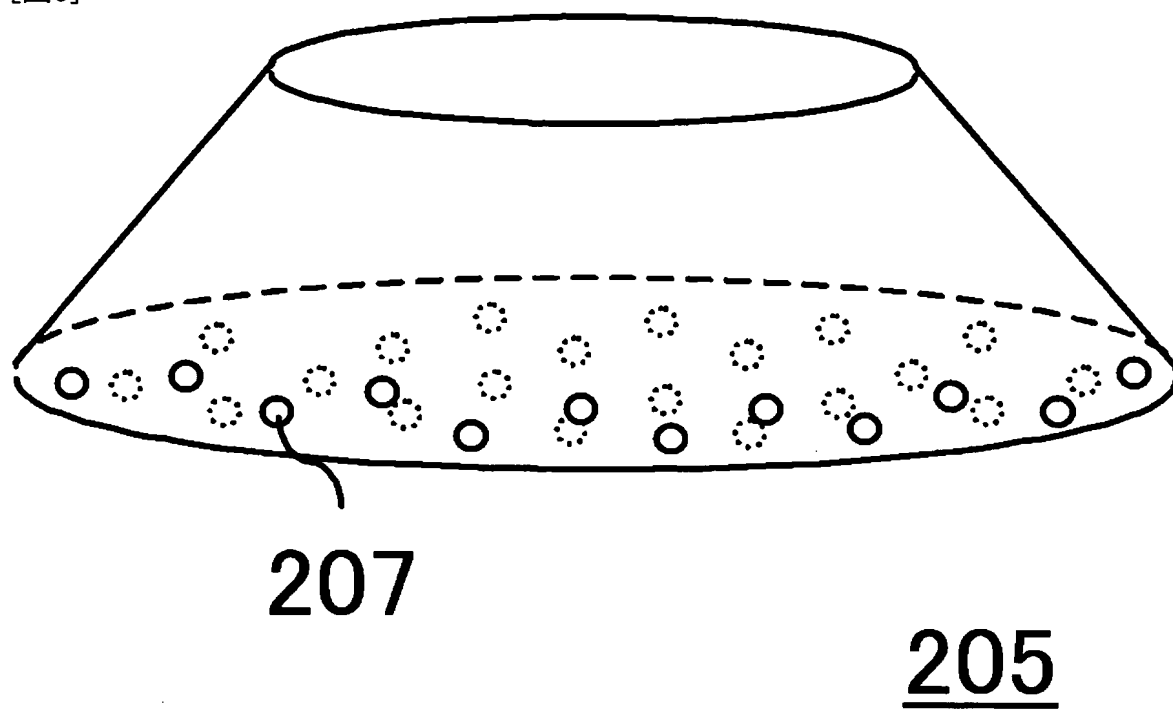
[図4]

B

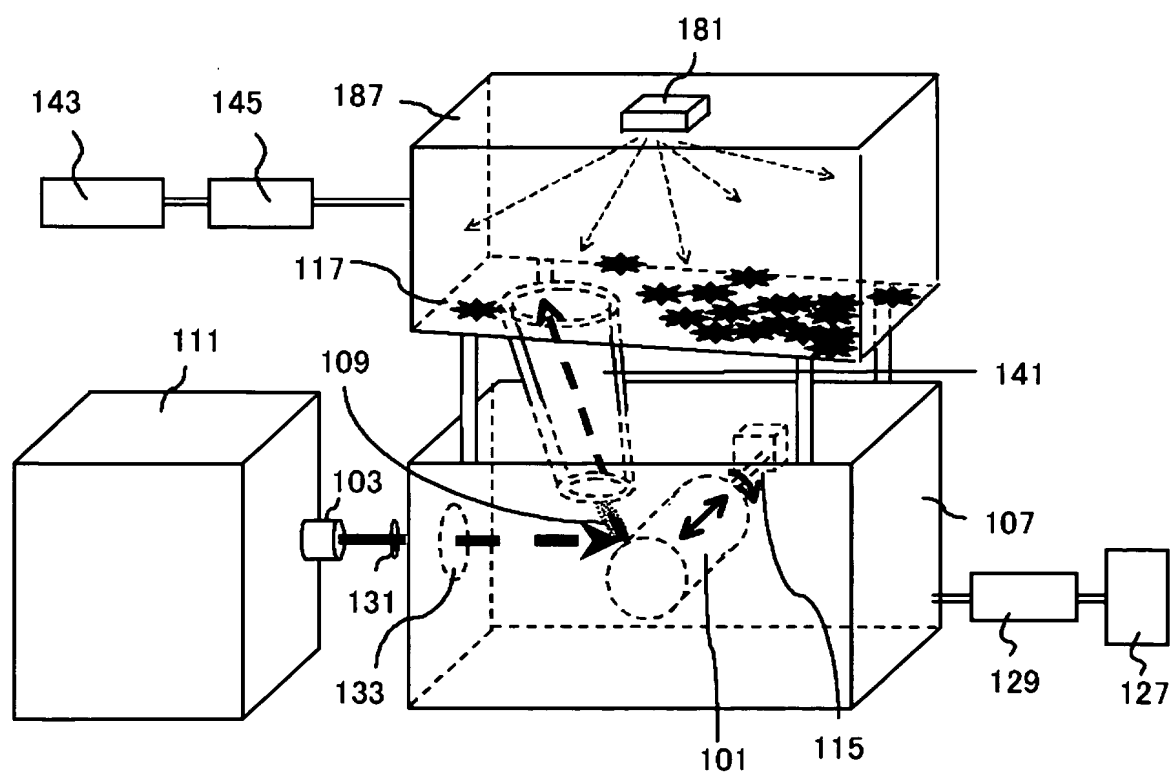
B'



[図5]

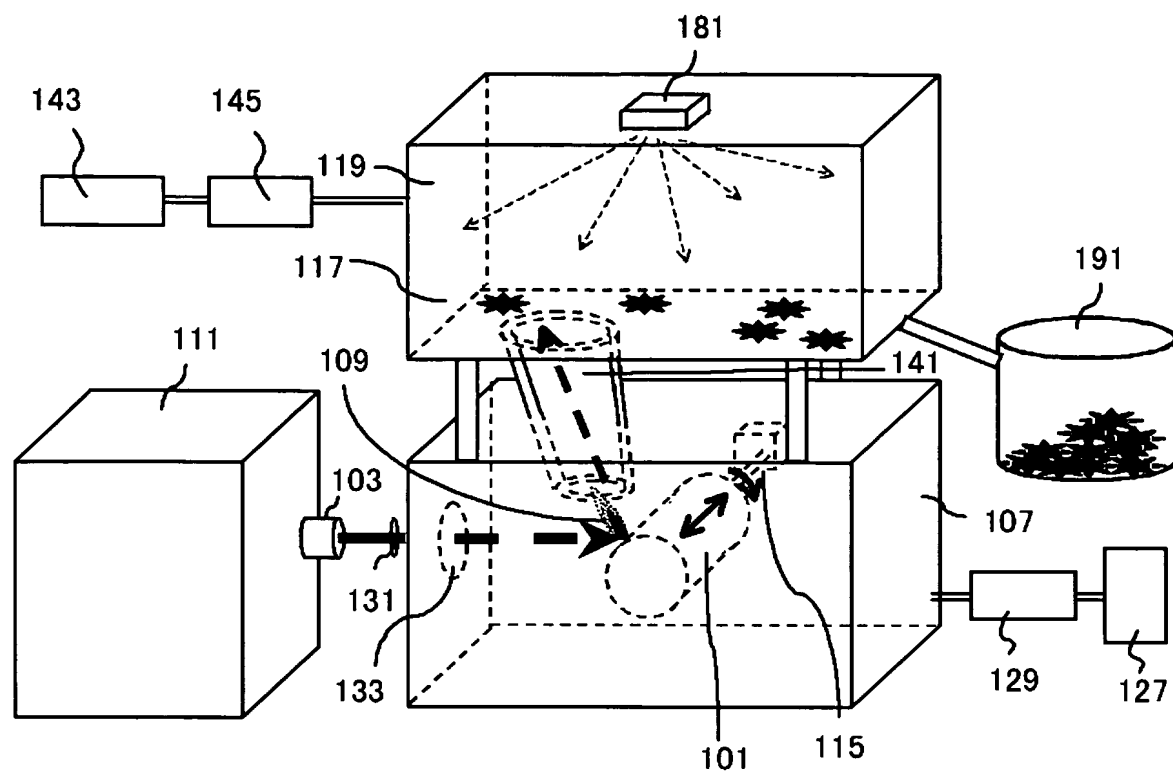


[図6]

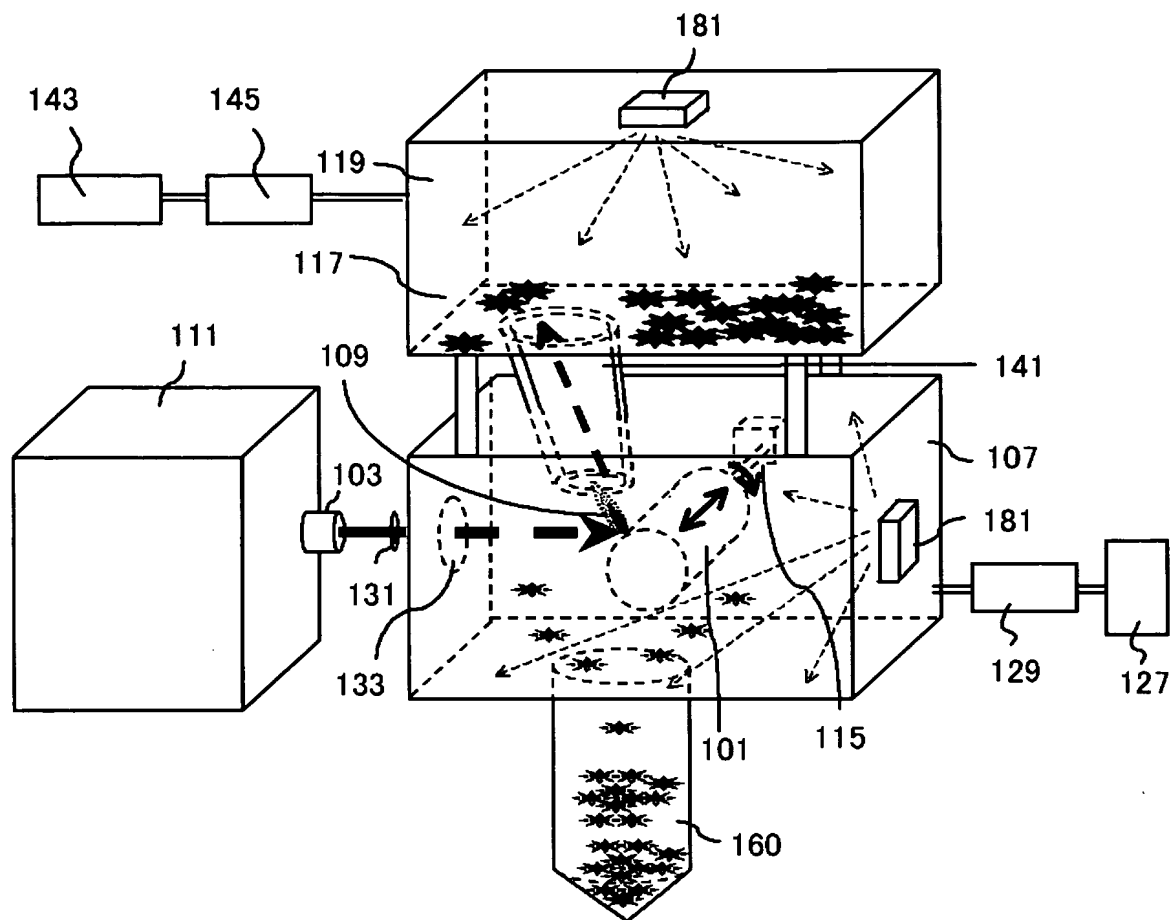


185

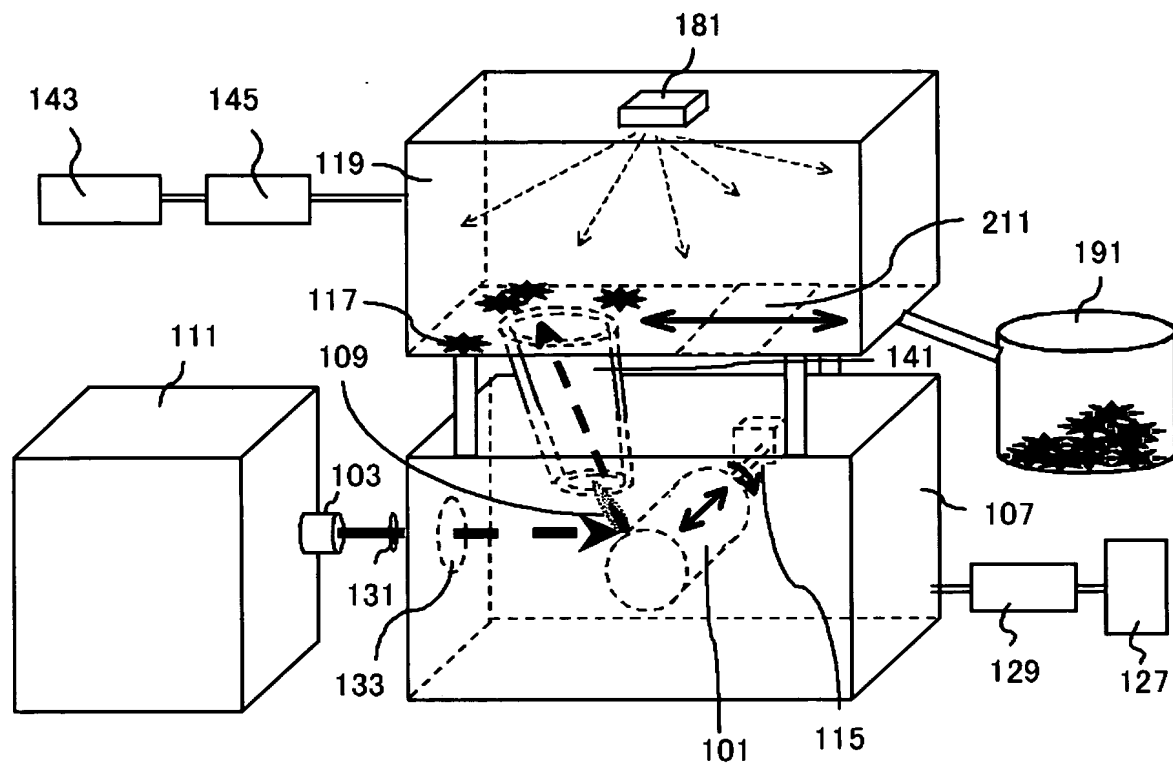
[図7]

189

[図8]



[図9]

213

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/011262

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl⁷ C01B31/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C01B31/00-31/36, B01J10/00-19/32, B01D47/00-47/18

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2004

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2004 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2000-159514 A (President of Nagoya University), 13 June, 2000 (13.06.00), Claims; Par. Nos. [0008] to [0010]; Fig. 1 (Family: none)	1-9
Y	JP 61-42318 A (Director General of National Research Institute for Science and Technology Agency), 28 February, 1986 (28.02.86), Claims; page 2, lower right column, line 1 to page 2, lower left column, line 1; page 2, lower right column, line 18 to page 3, upper left column, line 6; page 3, upper right column, lines 5 to 15; Fig. 1 (Family: none)	1-9

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
20 October, 2004 (20.10.04)Date of mailing of the international search report
09 November, 2004 (09.11.04)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/011262

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	S.IIJIMA et al., Nano-aggregates of single-walled graphitic carbon nano-horns, CHEMICAL PHYSICS LETTERS, 13 August, 1999 (13.08.99), Vol.309, pages 165 to 170	1-9
A	JP 6-183712 A (Showa Denko Kabushiki Kaisha), 05 July, 1994 (05.07.94), Full text (Family: none)	1-9

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))		
Int. Cl ⁷ C01B31/02		
B. 調査を行った分野		
調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))		
Int. Cl ⁷ C01B31/00-31/36, B01J10/00-19/32, B01D47/00-47/18		
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの		
日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2004年 日本国実用新案登録公報 1996-2004年 日本国登録実用新案公報 1994-2004年		
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)		
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 2000-159514 A (名古屋大学長) 2000.06.13 特許請求の範囲、[0008]-[0010]、図1、(ファミリーなし)	1-9
Y	JP 61-42318 A (科学技術庁金属材料技術研究所長) 1986.02.28 特許請求の範囲、第2頁右下欄第1行-第2頁左下欄第1行、第2頁右下 欄第18行-第3頁左上欄第6行、第3頁右上欄第5-15行、第1図、 (ファミリーなし)	1-9
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。		
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願		
の日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献		
国際調査を完了した日 20. 10. 2004		国際調査報告の発送日 09.11.2004
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号 100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官 (権限のある職員) 宮澤 尚之 電話番号 03-3581-1101 内線 3416

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	S.IIJIMA et al, Nano-aggregates of single-walled graphitic carbon nano-horns, CHEMICAL PHYSICS LETTERS, 1999.08.13, vol 309, p.165-170	1-9
A	JP 6-183712 A (昭和電工株式会社) 1994.07.05 全文、(ファミリーなし)	1-9